

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
13. Juni 2002 (13.06.2002)

PCT

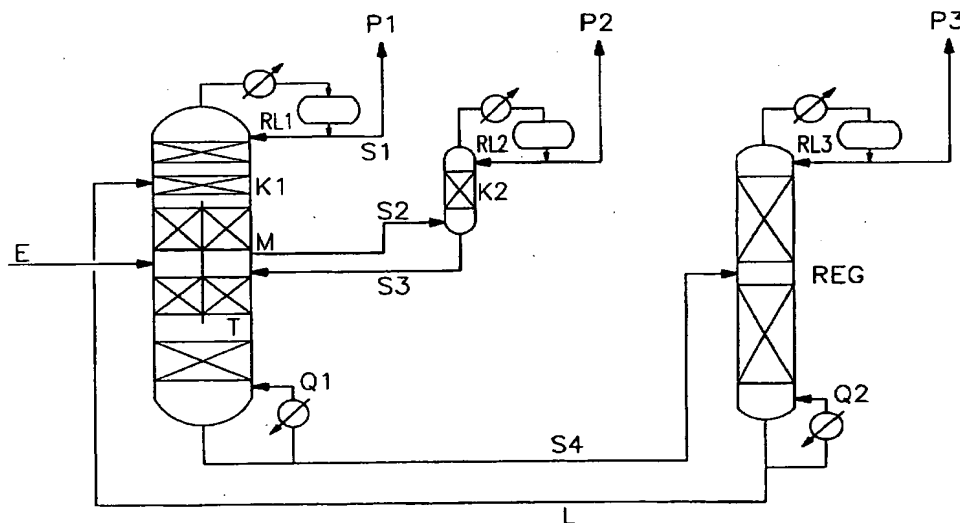
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/45811 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B01D 3/40**
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/12059
- (22) Internationales Anmeldedatum:
18. Oktober 2001 (18.10.2001)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
100 61 220.2 8. Dezember 2000 (08.12.2000) DE
101 02 168.2 18. Januar 2001 (18.01.2001) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **LINDE AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE];
Abraham-Lincoln-Strasse 21, 65189 Wiesbaden (DE).
- (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **BECKER, Hans**
[DE/DE]; Zwengauerweg 9, 81479 München (DE).
- (74) Gemeinsamer Vertreter: **LINDE AKTIENGESELLSCHAFT**; Zentrale Patentabteilung, 82049 Höllriegelskreuth (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW),

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR SEPARATING A SUBSTANCE MIXTURE INTO THE COMPONENT PARTS THEREOF BY MEANS OF EXTRACTIVE DISTILLATION IN A SEPARATING WALL COLUMN

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR AUFTRENNUNG EINES STOFFGEMISCHES IN SEINE BESTANDTEILE DURCH EXTRAKTIVDESTILLATION IN EINER TRENNWANDKOLONNE



(57) Abstract: The invention relates to a method and a device for separating a substance mixture into three component parts thereof by extractive distillation. In order to reduce the amount of energy and investment required, the extractive distillation is carried out introduced into a distillation column embodied in the form of a separating wall column (K1). As a result it is possible to obtain three products (P1, P2, P3) with a high degree of purity in a single distillation step even when the substance mixtures are close-boiled.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 02/45811 A1



eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(57) Zusammenfassung: Es werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Auftrennung eines Stoffgemisches in seine drei Bestandteile durch extractive Destillation beschrieben. Zur Verringerung des Energiebedarfs und des Investitionsaufwands wird die extractive Destillation in einer als Trennwandkolonne (K1) ausgebildeten Destillationskolonne durchgeführt. Dadurch gelingt es, auch bei engsiedenden Stoffgemischen in einem einzigen Destillationsschritt drei Produkte (P1, P2, P3) mit hoher Reinheit zu gewinnen.

Beschreibung

Verfahren und Vorrichtung zur Auftrennung eines Stoffgemisches in seine Bestandteile durch Extraktivdestillation in einer Trennwandkolonne

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Auftrennung eines Stoffgemisches in drei
5 Bestandteile durch extraktive Destillation sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Bei vielen Prozessen der Erdöl- und Erdgasverarbeitung sowie der chemischen und petrochemischen Industrie stellt sich das Problem, Stoffgemische in seine Bestandteile
10 aufzutrennen. Eine übliche Methode besteht in der Destillation des Stoffgemisches, wobei man sich die unterschiedlichen Siedepunkte der einzelnen Bestandteile des Stoffgemisches zu nutze macht. Sehr eng siedende Gemische lassen sich jedoch mit einer normalen Destillation nicht mehr mit wirtschaftlichem Aufwand auftrennen. Bei solchen Gemischen wird häufig die sog. "extraktive Destillation" angewandt. Dabei wird
15 ein Lösemittel eingesetzt, das die relativen Flüchtigkeiten der zu trennenden Bestandteile beeinflusst. Durch den Zusatz des Lösemittels werden die Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten der einzelnen Bestandteile wesentlich vergrößert, so dass eine Auftrennung durch Destillation ermöglicht wird.

20 Die extraktive Destillation bietet sich insbesondere bei eng siedenden Gemischen an, deren einzelne Bestandteile sich in ihrer Polarität ausreichend unterscheiden. Durch die Anwesenheit eines polaren Lösemittels verschieben sich die relativen Flüchtigkeiten. Unpolare Bestandteile und solche mit einer geringen Polarität werden im Vergleich zu solchen mit mittlerer Polarität relativ flüchtiger und sehr polare
25 Bestandteile werden im Vergleich zu solchen mit nur mittlerer Polarität relativ schwerer. Will man mehr als nur zwei Fraktionen aus solch einem engsiedenden Gemisch gewinnen, dann braucht man entsprechend viele einzelne Extraktivdestillationsschritte, ähnlich, wie es bei der normalen Destillation zur Gewinnung von n-Fractionen n-1 Destillationsschritte bedarf. Um einen Bestandteil mittlerer Polarität einerseits von
30 relativ unpolaren Bestandteilen und andererseits von noch polareren Bestandteilen abzutrennen, muss man daher zwei Extraktivdestillationen hintereinander schalten.

Die bisherigen Methoden der extraktiven Destillation sind allerdings sehr energieintensiv und erfordern zudem einen hohen Investitionsaufwand, vor allem dann, wenn mehrere Stufen notwendig sind.

- 5 Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens so auszugestalten, dass der Energiebedarf und der Investitionsaufwand verringert werden.
- 10 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß verfahrensseitig dadurch gelöst, dass die extraktive Destillation bei Anwesenheit eines Lösemittels in einer als Trennwandkolonne ausgebildeten Destillationskolonne durchgeführt wird, die in einem mittleren Abschnitt durch eine vertikale Trennwand in eine Zuspiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwand
- 15 eine weitere Destillationszone befindet und somit dort eine Verbindung zwischen der Zuspiseseite und der Einspiseseite besteht, dass das Stoffgemisch auf der Zuspiseseite der Trennwandkolonne zugegeben wird, und die extraktive Destillation derart durchgeführt wird, dass die getrennten Bestandteile jeweils im Kopf- und Bodenbereich der Trennwandkolonne sowie im Bereich eines auf der Entnahmeseite
- 20 vorgesehenen Mittelabzugs gewonnen werden, und die so gewonnenen Bestandteile von der Trennwandkolonne abgezogen werden.

- Die Erfindung basiert auf der Überlegung, eine Auftrennung auch von engsiedenden Stoffgemischen in drei Bestandteile in nur einer Stufe zu bewerkstelligen. Während
- 25 nach dem Stand der Technik hierzu zwei hintereinander geschaltete Stufen notwendig sind, gelingt es mit der Erfindung, die extraktive Destillation in einer einzigen Destillationskolonne durchzuführen. Dadurch werden Energieaufwand und Investitionsbedarf wesentlich verringert. Selbst wenn die Trennwandkolonne größer dimensioniert werden muss als jede der beiden einzelnen der Kolonnen nach dem
- 30 Stand der Technik, sind deren Gesamtinvestitionskosten deutlich niedriger als jene des Zweikolonnensystems. Durch die thermische Kopplung, die in einer Trennwandkolonne realisiert wird, arbeiten sie thermodynamisch günstiger als die traditionelle Zweikolonnenanordnung.

Insbesondere eignet sich die Erfindung zur Auftrennung von Stoffgemischströmen in drei Teilströme, die sich durch unterschiedliche Polaritäten ihrer Bestandteile unterscheiden. Dabei wird der Stoffgemischstrom in eine als Trennwandkolonne ausgebildete Destillationskolonne eingespeist, die in einem mittleren Abschnitt durch eine vertikale Trennwand in eine Zuspaiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwandkolonne eine weitere Destillationszone befindet und somit dort eine Verbindung zwischen der Zuspaiseseite und der Entnahmeseite besteht. Die Trennwandkolonne wird bei Anwesenheit eines polaren Lösemittels in der Trennwandkolonne derart betrieben, dass auf der Zuspaiseseite die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität in den Kopfbereich der Trennwandkolonne getrieben werden, während die Bestandteile mit hoher Polarität in den Bodenbereich der Trennwandkolonne zurückgewaschen werden. Die Bestandteile mit mittlerer Polarität gelangen sowohl über das untere Ende der Trennwand als auch über deren oberes Ende auf die Entnahmeseite. Auf der Entnahmeseite werden die unpolaren Bestandteile und solche mit geringer Polarität in einer Zone oberhalb eines Mittelabzugs aus rücklaufender Flüssigkeit abgetrieben und die Bestandteile mit höherer Polarität in einer Zone unterhalb des Mittelabzugs aus dem aufsteigenden Gas zurückgewaschen, so dass die Reinheit der Bestandteile mit mittlerer Polarität eingehalten werden kann. Dadurch können im Bereich des Mittelabzugs die Bestandteile mit mittlerer Polarität gewonnen werden, während die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität am Kopf der Trennwandkolonne und die Bestandteile mit hoher Polarität am Boden der Trennwandkolonne gewonnen werden können. Über den Mittelabzug wird schließlich ein Produktstrom, der die Bestandteile mit mittlerer Polarität aufweist, abgeführt, während über einen im oberen Bereich der Trennwandkolonne vorgesehenen Kopfabzug ein Produktstrom, der die unpolaren Bestandteile und/oder Bestandteile mit geringer Polarität aufweist, abgeführt wird. Über einen im unteren Bereich der Trennwandkolonne vorgesehenen Bodenabzug wird das Lösemittel, das die Bestandteile mit hoher Polarität enthält, abgezogen.

Zweckmäßigerweise wird ein schwer siedendes, polares Lösemittel eingesetzt. Dies kann entweder ein reines Lösemittel oder eine Mischung mit Wasser oder auch anderen Lösemitteln sein. Sämtliche für die normale Extraktivdestillation verwendeten Lösemittel können verwendet werden. Es gelten die gleichen Auswahlkriterien wie bei der normalen Extraktivdestillation.

Bevorzugt wird das vom Bodenbereich der Trennwandkolonne abgezogene Lösemittel, das die Bestandteile mit hoher Polarität enthält, einer Regenerationszone zugeführt. Dort werden die Bestandteile mit hoher Polarität vom Lösemittel abgetrennt und als
5 weiteres Produkt gewonnen. Das so regenerierte Lösemittel wird in den Kopfbereich der Trennwandkolonne zurückgeführt.

Es ist ferner vorteilhaft, das Lösemittel aus den jeweiligen Produktströmen durch zurückgeführtes Produkt zurückzuwaschen. Dabei wird das aus dem Produktstrom des
10 Mittelabzugs zurückgewaschene Lösemittel vorzugsweise wieder im Bereich des Mittelabzugs in die Trennwandkolonne zurückgeführt. Falls das Lösemittel Wasser enthält, kann die Rückwaschung des eigentlichen Lösemittels gegebenenfalls auch mit einer zusammen mit dem jeweiligen Produktstrom anfallenden wässrigen Fraktion erfolgen.

15 Gemäß einer Weiterbildung des Erfindungsgedankens ist die Regenerationszone in den unteren Bereich der Trennwandkolonne integriert. Die Bestandteile mit hoher Polarität werden bei dieser Ausführungsform über einen Seitenabzug, der über der Regenerationszone angeordnet ist, aus der Trennwandkolonne entfernt und der
20 Rückwaschung des Lösemittels zugeführt.

Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zur Auftrennung eines Stoffgemisches in drei Bestandteile durch extraktive Destillation.

25 Erfindungsgemäß wird vorrichtungsseitig die gestellte Aufgabe dadurch gelöst, dass die Vorrichtung eine als Trennwandkolonne ausgebildete Destillationskolonne aufweist, die in einem mittleren Abschnitt durch eine vertikale Trennwand in eine Zuspaiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwand eine weitere Destillationszone befindet und somit eine Verbindung
30 zwischen der Zuspaiseseite und der Einspaiseseite besteht, auf der Zuspaiseseite eine Zuführung für das Stoffgemisch angeordnet ist und auf der Entnahmeseite ein Mittelabzug für einen durch extraktive Destillation gewonnen Bestandteil angeordnet ist, während im Kopfbereich der Trennwandkolonne ein Kopfabzug und im Bodenbereich der Trennwandkolonne ein Bodenabzug für die beiden anderen durch

extraktive Destillation gewonnen Bestandteile angeordnet sind, und die Trennwandkolonne eine Lösemittelzuführung aufweist.

5 Vorzugsweise steht der Bodenabzug mit einer Regeneriereinrichtung in Verbindung, in der die durch extraktive Destillation im Bodenbereich der Trennwandkolonne gewonnen Bestandteile vom Lösemittel abgetrennt werden. An diese Regeneriereinrichtung ist ein Produktabzug angeschlossen, über den die vom Lösemittel abgetrennten Bestandteile als Produkte abgeführt werden. Ferner ist an die
10 Regeneriereinrichtung eine Rückführleitung angeschlossen, die mit dem Kopfbereich der Trennwandkolonne in Verbindung steht. Über diese Rückführleitung wird das regenerierte Lösemittel der Trennwandkolonne wieder zugeführt.

Außerdem ist es vorteilhaft, dass Kopfabzug, Mittelabzug und Bodenabzug jeweils mit einer Rückwascheinrichtung in Verbindung stehen, in der das Lösemittel aus den
15 jeweiligen Produktströmen durch zurückgeführtes Produkt zurückgewaschen wird. Dabei weist die mit dem Mittelabzug in Verbindung stehende Rückwascheinrichtung vorzugsweise eine Rückführleitung für zurückgewaschenes Lösemittel auf, die im Bereich des Mittelabzugs an die Trennwandkolonne angeschlossen ist, so dass das zurückgewaschene Lösemittel in diesem Bereich in die Trennwandkolonne wieder
20 eingespeist werden kann.

Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Regeneriereinrichtung in den unteren Bereich der
Trennwandkolonne integriert. Dabei ist über der Regenereinrichtung ein Seitenabzug
25 angeordnet, der mit einer Rückwascheinrichtung zum Zurückwaschen des Lösemittels in Verbindung steht.

Unter Umständen kann es aus konstruktiven Gründen erforderlich sein, die Destillationskolonne in zwei oder mehrere Abschnitte aufzuteilen. Die einzelnen
30 Teilkolonnen sind in diesem Fall über Leitungen derart miteinander verbunden, dass die Funktionsweise der einer ungeteilten Destillationskolonne entspricht. Die vorliegende Erfindung betrifft auch derartige geteilte Trennwandkolonnen.

Mit der Erfindung ist eine Reihe von Vorteilen verbunden. So ist es erstmals gelungen,
35 auch engsiedende Stoffgemische in einem einzigen Destillationsschritt durch extraktive

Destillation in drei Bestandteile aufzutrennen. Durch das Wegschneiden sowohl eines leichten als auch eines schweren Endes des Stoffgemisches in einem einzigen Apparat kann eine ganze Destillationskolonne und deren Zubehör (Aufkocher, Kondensator, Rücklaufbehälter, Lösemittelzuführungen, Lösemittelabführungen und Pumpen) eingespart werden. Die Erfindung bietet eine wesentliche Verringerung der Gesamtinvestitionskosten, selbst dann, wenn die Trennwandkolonne größer dimensioniert werden muss als jede der beiden einzelnen Kolonnen. Durch die thermische Kopplung, die in der Trennwandkolonne realisiert wird, arbeitet sie thermodynamisch günstiger als die traditionelle Zweikolonnenanordnung. Ein weiterer Vorteil ist, dass bei der Verarbeitung von thermisch empfindlichen Stoffen diese weniger oft aufgekocht werden. Insgesamt wurde eine technisch elegante Lösung geschaffen, wie mit geringem apparativen Aufwand auch engsiedende Stoffgemische durch extraktive Destillation aufgetrennt werden können.

Die Erfindung kann überall angewandt werden, wo aus einem engsiedenden Stoffgemisch mehr als nur zwei Fraktionen durch Extraktivdestillation gewonnen werden sollen. Insbesondere kann die Erfindung mit Vorteil bei der Gewinnung von Aromaten (z.B. Benzol), Olefinen (z.B. Alpha-Olefinen), Dienen (z.B. Butadien) und sauerstoffhaltigen Verbindungen (z.B. Alkohole, Ketone, Ester etc.) eingesetzt werden.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von in den Figuren schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert, wobei zum Vergleich die bisherigen Lösungen des Standes der Technik ebenfalls in Figuren dargestellt sind.

Es zeigen

Figur 1 ein Prinzipschema einer zweistufigen Extraktivdestillation einfachster Art nach dem Stand der Technik

Figur 2 ein Prinzipschema einer zweistufigen Extraktivdestillation mit gemeinsamer Lösemittelregenerierung nach dem Stand der Technik

Figur 3 ein Prinzipschema einer zweistufigen Extraktivdestillation in einer Trennwandkolonne mit separater Lösemittelregenerierung nach der Erfindung.

Figur 4 ein Prinzipschema einer vollintegrierten zweistufigen Extraktivdestillation nach der Erfindung

Das grundlegende Prinzip einer Anordnung zur Auftrennung von engsiedenden
5 Stoffgemischen in ihre drei Bestandteile durch extraktive Destillation nach dem Stand
der Technik ist in Figur 1 dargestellt. Wie auch in den übrigen Figuren 2, 3 und 4 sind
in diesem sehr vereinfachten Schema alle Schritte zur Wärmeintegration und
Wärmerückgewinnung weggelassen. In den Figuren 1 – 4 sind die in den
10 Destillationskolonnen jeweils vorhandenen Destillationszonen durch X-Abschnitte
gekennzeichnet. In einer ersten Extraktivdestillation ED1 werden aus dem
engsiedenden Stoffgemischeinsatz E alle unpolaren Bestandteile und auch solche mit
nur geringer Polarität abgetrennt und über Kopf als erstes Produkt P1 gewonnen. Dazu
werden die Rücklaufmenge RL11, die Lösemittelmenge L1 und die Sumpfheizung Q11
15 so eingestellt, dass oberhalb der Einspeisung des Stoffgemischeinsatzes E alle
Bestandteile mit einer größeren als einer gewissen Grenzpolarität (und damit mit einer
geringeren relativen Flüchtigkeit) aus dem aufsteigenden Dampf zurückgewaschen
werden. Unterhalb des Einspeisepunktes werden die unpolaren Bestandteile und
solche mit einer geringeren Polarität als besagter Grenzpolarität aus der
20 herunterlaufenden Flüssigkeit abgestrippt. Das über Sumpf abgezogene Lösemittel ist
daher nur noch mit den Bestandteilen beladen, deren Polarität jenen Grenzwert
überschreitet. Diese werden in der Regenerierkolonne REG1 aus dem Lösemittel
ausgetrieben und das über Sumpf abgezogene regenerierte Lösemittel wird erneut in
der ersten Extraktivdestillation ED1 eingesetzt. Das Kopfprodukt der
25 Regenerierkolonne REG1, das alle Bestandteile mit einer größeren als besagter
Grenzpolarität enthält, wird nun einer zweiten Extraktivdestillation ED2 zugeführt,
deren Betriebsbedingungen so eingestellt werden, dass die Bestandteile mit mittlerer
Polarität das Kopfprodukt P2 bilden, während alle sehr polaren Bestandteile im
Lösemittel verbleiben und mit diesem über Sumpf abgezogen werden. Bei der
30 Regenerierung des Lösemittels in der Regenerierkolonne REG2 fallen die sehr polaren
Komponenten als Kopfprodukt P3 an. Das regenerierte Lösemittel L2 selbst wird
wieder in die zweite Extraktivdestillation ED2 zurückgeführt.

Figur 2 zeigt ein weiteres, allerdings etwas eleganteres Prinzipschema einer
konventionellen Anordnung zum Herausschneiden von Bestandteilen mit mittlerer
35 Polarität aus einem engsiedenden Stoffgemisch. Dabei sind die zweite

Extraktivdestillation und eine partielle Regenerierung des Lösemittels der ersten Regenerierstufe der Figur 1 in einer Kolonne zusammengefasst. Auch in diesem sehr vereinfachten Schema sind alle Schritte zur Wärmeintegration und -rückgewinnung weggelassen. Die entsprechenden Anlagenteile und entsprechenden

- 5 Verfahrensschritte sind mit den selben Bezugsziffern bezeichnet wie in Figur 1. In der ersten Extraktivdestillation ED1 werden aus dem. engsiedenden Stoffgemischeinsatz E wieder alle unpolaren Bestandteile und auch solche mit nur geringer Polarität abgetrennt und über Kopf als erstes Produkt P1 gewonnen. Das über Sumpf abgezogene Lösemittel ist wieder nur noch mit den Bestandteilen beladen, deren
- 10 Polarität jenen Grenzwert überschreitet. Das beladende Lösemittel wird in eine zweite Extraktivdestillation ED2 eingespeist. Deren Kopfprodukt P2 enthält alle Komponenten mit einer mittleren Polarität. Den unteren Teil dieser Kolonne kann man auch als partielle Regenerierung des Lösemittels L1 der ersten Extraktivdestillation ED1 auffassen, denn hier werden alle Bestandteile mit einer mittleren Polarität aus dem
- 15 Lösemittel ausgetrieben. Das aus der zweiten Extraktivdestillation ED2 über Sumpf abgezogene Lösemittel ist nur noch mit den Bestandteilen mit der größten Polarität beladen. Diese werden in der dritten Kolonne, der Regenerierung REG, aus dem Lösemittel ausgetrieben und als drittes Produkt P3 über Kopf gewonnen. Das nunmehr vollständig regenerierte Lösemittel wird aus dem Sumpf der Regenerierkolonne REG
- 20 abgezogen und auf die beiden Extraktivdestillationskolonnen ED1 und ED2 verteilt.

In Figur 3 ist eine zweistufige Extraktivdestillation in einer Trennwandkolonne mit separater Lösemittelrückgewinnung nach der Erfindung dargestellt. Ein

- Stoffgemischstrom E aus engsiedenden Bestandteilen mit unterschiedlichen
- 25 Polaritäten wird der Trennwandkolonne K1 zugeführt. Die Trennwandkolonne K1 ist durch eine vertikale Trennwand T in eine Zuspiseseite, die in der Figur links dargestellt ist, und eine Entnahmeseite, die in der Figur rechts dargestellt ist, unterteilt. Durch Regelung der Rücklaufmenge RL1, der Lösemittelmenge L sowie der Sumpfheizung Q1 wird die Trennwandkolonne K1 so betrieben, dass auf der
- 30 Zuspiseseite die unpolaren Bestandteile des engsiedenden Einsatzstoffgemisches E und/oder solche Bestandteile mit geringer Polarität in den Kopfbereich der Trennwandkolonne getrieben werden, während die Bestandteile mit hoher Polarität in den Bodenbereich der Trennwandkolonne zurückgewaschen werden. Die Bestandteile mit mittlerer Polarität gelangen dagegen sowohl über das untere Ende der Trennwand
- 35 T als auch über deren oberes Ende auf die Entnahmeseite der Trennwandkolonne K1.

Dort werden die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität in einer Zone oberhalb des Mittelabzugs M aus rücklaufender Flüssigkeit abgetrieben.

Andererseits werden die Bestandteile mit hoher Polarität in einer Zone unterhalb des Mittelabzugs M zurückgewaschen. Auf diese Weise kann die Reinheit der mittleren

5 Fraktion eingehalten werden. Das Einsatzstoffgemisch E wird somit in der

Trennwandkolonne K1 in drei verschiedene Produkte von gewünschter Reinheit

aufgetrennt, die jeweils als Teilströme vom Kopf- und Bodenbereich sowie über den

Mittelabzug M von der Trennwandkolonne K1 abgezogen werden können. Der vom

Kopfbereich der Trennwandkolonne K1 abgezogene Teilstrom S1 enthält die unpolaren

10 Bestandteile und/oder solche mit nur geringer Polarität. In dem obersten Abschnitt der

Trennwandkolonne (zwischen der Aufgabe des Lösemittels L und der Aufgabe des

Rücklaufs RL1) werden die Lösemitteldämpfe zurückgewaschen, so dass dieser

Produktstrom kein Lösemittel enthält. Er kann unmittelbar als Produkt P1 gewonnen

werden. Über den Mittelabzug M wird der gasförmige Teilstrom S2 abgezogen, der die

15 Bestandteile mit mittlerer Polarität enthält. Da der Teilstrom S2 auch Lösemitteldämpfe

mitführt, muss dieses in einer Kolonne K2 rückgewonnen werden. In der Kolonne K2

werden die Bestandteile mit mittlerer Polarität von den restlichen Lösemitteldämpfen

gereinigt. Das Lösemittel wird schließlich über den Strom S3 im Bereich des

Mittelabzugs M in die Trennwandkolonne K1 zurückgeführt. Die in der Kolonne K2 von

20 Lösemittelresten befreiten Bestandteile mit mittlerer Polarität werden schließlich als

Produkt P2 gewonnen. Vom Bodenbereich der Trennwandkolonne K1 wird ein

Teilstrom S4 abgeführt, der Lösemittel enthält, welches mit den Bestandteilen mit

hoher Polarität beladen ist. Der Teilstrom S4 wird einer Regenerierstufe REG

zugeführt, die als Destillationskolonne ausgebildet ist. In der Regenerierstufe REG

25 werden die Bestandteile mit hoher Polarität aus dem Lösemittel ausgetrieben und

können als Produkt P3 gewonnen werden, wobei die Lösemitteldämpfe im oberen

Abschnitt der Regenerierkolonne REG zurückgewaschen werden. Das Lösemittel wird

schließlich über den Strom L in den oberen Bereich der Trennwandkolonne K1

zurückgeführt. Auf diese Weise können mit einer einzigen Trennwandkolonne K1 aus

30 einem engsiedenden Stoffgemischstrom E drei Produkte P1, P2 und P3 mit hoher

Reinheit gewonnen werden.

In Figur 4 ist eine Variante der in Figur 3 dargestellten Extraktivdestillation in einer

Trennwandkolonne gezeigt. Diese Variante der Erfindung unterscheidet sich von der in

35 Abbildung 3 gezeigten Anordnung dadurch, dass der untere Teil der Regenerierstufe

REG in die Trennwandkolonne K1 integriert wurde und der obere (Rückwasch-)Teil durch eine kleinere Seitenkolonne K3 ersetzt wurde, wobei das in dieser Kolonne K3 zurückgewonnene Lösemittel unmittelbar in die Trennwandkolonne K1 zurückgeführt wird. Auf diese Weise entsteht eine vollintegrierte zweistufige Extraktivdestillation, die

5 aus einer einzigen Trennwandkolonne K1 und zwei kleinen Seitenkolonnen K2 und K3 besteht. Bei dieser Anordnung wird eine besonders hohe Wirtschaftlichkeit durch größtmögliche Verringerung des Energiebedarfs und des Investitionsaufwands erreicht.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Auftrennung eines Stoffgemisches in drei Bestandteile durch extraktive Destillation, **dadurch gekennzeichnet**, dass die extraktive Destillation bei Anwesenheit eines Lösemittels in einer als Trennwandkolonne ausgebildeten
5 Destillationskolonne durchgeführt wird, die in einem mittleren Abschnitt durch eine vertikale Trennwand in eine Zuspaiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwand eine weitere Destillationszone befindet und somit dort eine Verbindung zwischen der
10 Zuspaiseseite und der Einspaiseseite besteht, dass das Stoffgemisch auf der Zuspaiseseite der Trennwandkolonne zugegeben wird, und die extraktive Destillation derart durchgeführt wird, dass die getrennten Bestandteile jeweils im Kopf- und Bodenbereich der Trennwandkolonne sowie im Bereich eines auf der
15 Entnahmeseite vorgesehenen Mittelabzugs gewonnen werden, und die so gewonnenen Bestandteile von der Trennwandkolonne abgezogen werden.
2. Verfahren zur Auftrennung eines Stoffgemischstromes in drei Teilströme, die sich durch unterschiedliche Polaritäten ihrer Bestandteile unterscheiden, **dadurch gekennzeichnet**, dass
 - 20 a) der Stoffgemischstrom in eine als Trennwandkolonne ausgebildete Destillationskolonne eingespeist wird, die in einem mittleren Abschnitt durch eine vertikale Trennwand in eine Zuspaiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwand eine weitere Destillationszone befindet und somit dort eine Verbindung zwischen
25 der Zuspaiseseite und der Einspaiseseite besteht,
 - b) die Trennwandkolonne bei Anwesenheit eines polaren Lösemittels in der Trennwandkolonne derart betrieben wird, dass
 - 30 c) auf der Zuspaiseseite die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität in den Kopfbereich der Trennwandkolonne getrieben werden, während die Bestandteile mit hoher Polarität in den Bodenbereich der Trennwandkolonne zurückgewaschen werden, und die Bestandteile mit

mittlerer Polarität sowohl über das untere Ende der Trennwand als auch über deren oberes Ende auf die Entnahmeseite gelangen,

5 d) auf der Entnahmeseite die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität in einer Zone oberhalb eines Mittelabzugs aus rücklaufender Flüssigkeit abgetrieben werden und die Bestandteile mit hoher Polarität in einer Zone unterhalb des Mittelabzugs aus dem aufsteigendem Gas zurückgewaschen werden, so dass im Bereich des Mittelabzugs die Bestandteile mit mittlerer Polarität gewonnen werden, während die unpolaren Bestandteile und/oder solche mit geringer Polarität am Kopf der
10 Trennwandkolonne und die Bestandteile mit hoher Polarität am Boden der Trennwandkolonne gewonnen werden, und

e) über den Mittelabzug ein Produktstrom, der die Bestandteile mit mittlerer
15 Polarität aufweist, abgeführt wird, während über einen im oberen Bereich der Trennwandkolonne vorgesehenen Kopfabzug ein Produktstrom, der die unpolaren Bestandteile und/oder Bestandteile mit geringer Polarität aufweist, abgezogen wird und über einen im unteren Bereich der Trennwandkolonne vorgesehenen Bodenabzug das Lösemittel, das die Bestandteile mit hoher
20 Polarität enthält, abgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass das vom Bodenbereich der Trennwandkolonne abgezogene Lösemittel, das die Bestandteile mit hoher Polarität enthält, einer Regenerationszone zugeführt wird,
25 in der die Bestandteile mit hoher Polarität vom Lösemittel abgetrennt und als weiteres Produkt gewonnen werden, während das so regenerierte Lösemittel in den Kopfbereich der Trennwandkolonne zurückgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass das
30 Lösemittel aus den jeweiligen Produktströmen durch zurückgeführtes Produkt zurückgewaschen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass das aus dem Produktstrom des Mittelabzugs zurückgewaschene Lösemittel wieder im Bereich
35 des Mittelabzugs in die Trennwandkolonne zurückgeführt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Regenerationszone in den unteren Bereich der Trennwandkolonne integriert ist und dass die Bestandteile mit hoher Polarität über einen Seitenabzug, der über der
5 Regenerationszone angeordnet ist, aus der Trennwandkolonne entfernt und der Rückwaschung des Lösemittels zugeführt werden.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Mittel- bzw. der Seitenabzug aus dem unteren Bereich als Gas aus der
10 Trennwandkolonne abgezogen und der jeweiligen Rückwaschung des Lösemittels zugeführt werden.
8. Vorrichtung zur Auftrennung eines Stoffgemisches in drei Bestandteile durch
15 extraktive Destillation, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Vorrichtung eine als Trennwandkolonne ausgebildete Destillationskolonne aufweist, die in einem mittleren Abschnitt durch eine Trennwand in eine Zuspiseseite und eine Entnahmeseite aufgeteilt ist, wobei sich jeweils oberhalb und unterhalb der Trennwand eine weitere Destillationszone befindet und somit eine Verbindung zwischen der Zuspiseseite und der Einspiseseite besteht, auf der Zuspiseseite
20 eine Zuführung für das Stoffgemisch angeordnet ist und auf der Entnahmeseite ein Mittelabzug für einen durch extraktive Destillation gewonnen Bestandteil angeordnet ist, während im Kopfbereich der Trennwandkolonne ein Kopfabzug und im Bodenbereich der Trennwandkolonne ein Bodenabzug für die beiden
25 anderen durch extraktive Destillation gewonnen Bestandteile angeordnet sind, und die Trennwandkolonne eine Lösemittelzuführung aufweist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Bodenabzug mit einer Regeneriereinrichtung in Verbindung steht, in der die durch extraktive Destillation im Bodenbereich der Trennwandkolonne gewonnenen Bestandteile
30 vom Lösemittel abgetrennt werden, wobei an die Regeneriereinrichtung ein Produktabzug für die vom Lösemittel abgetrennten Bestandteile und eine Rückführleitung für das regenerierte Lösemittel angeschlossen sind, und die Rückführleitung mit dem Kopfbereich der Trennwandkolonne in Verbindung steht.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass Kopfabzug, Mittelabzug und Bodenabzug jeweils mit einer Rückwascheinrichtung in Verbindung stehen, in der das Lösemittel aus den jeweiligen Produktströmen durch zurückgeführtes Produkt zurückgewaschen wird.

5

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass die mit dem Mittelabzug in Verbindung stehende Rückwascheinrichtung eine Rückführleitung für zurückgewaschenes Lösemittel aufweist, die im Bereich des Mittelabzugs an die Trennwandkolonne angeschlossen ist.

10

12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Regeneriereinrichtung in den unteren Bereich der Trennwandkolonne integriert ist, wobei über der Regeneriereinrichtung ein Seitenabzug angeordnet ist, der mit einer Rückwascheinrichtung zum Zurückwaschen des Lösemittels in Verbindung steht.

15

Blatt 1/4

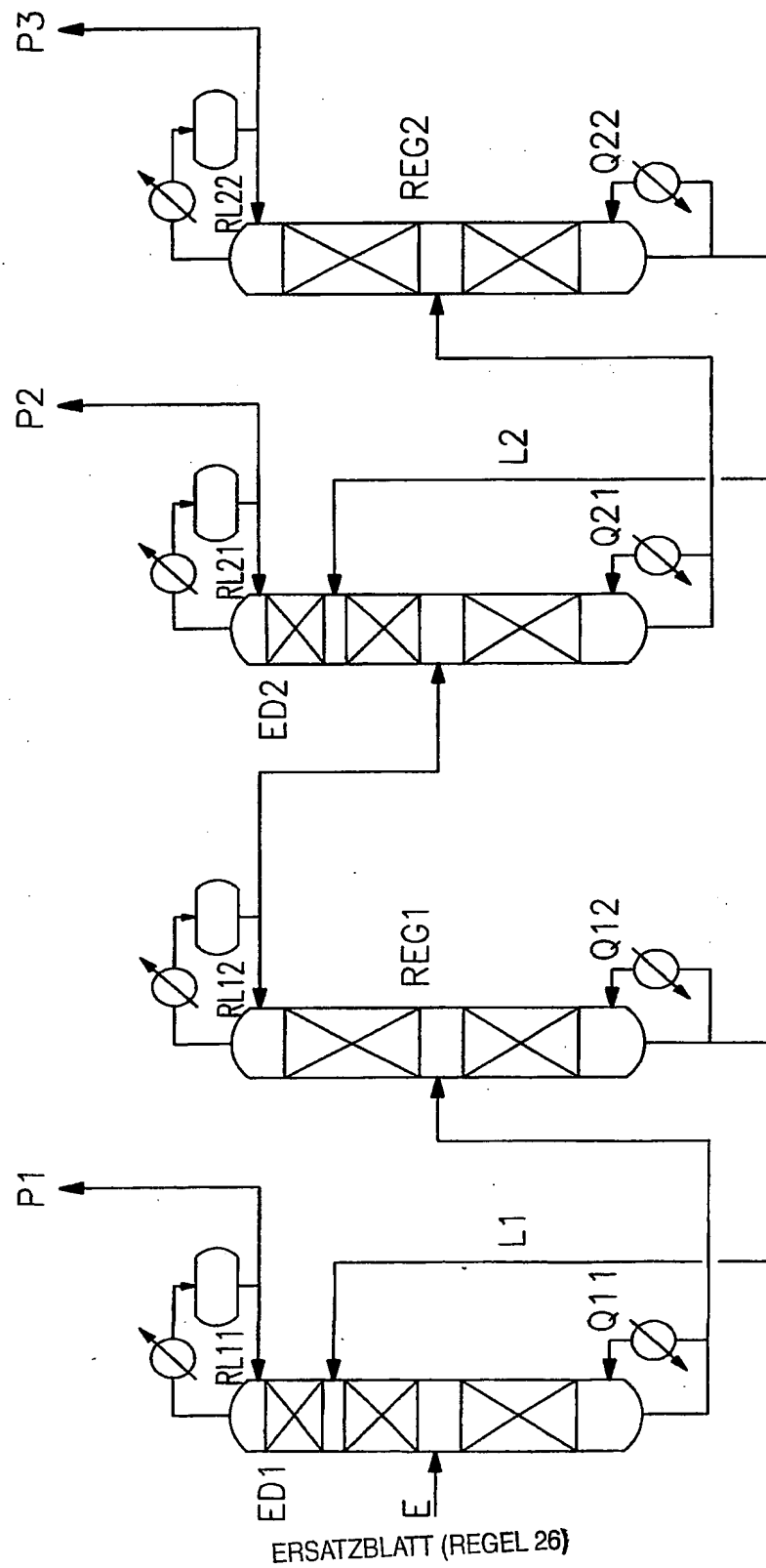


Fig.1

Blatt 2/4

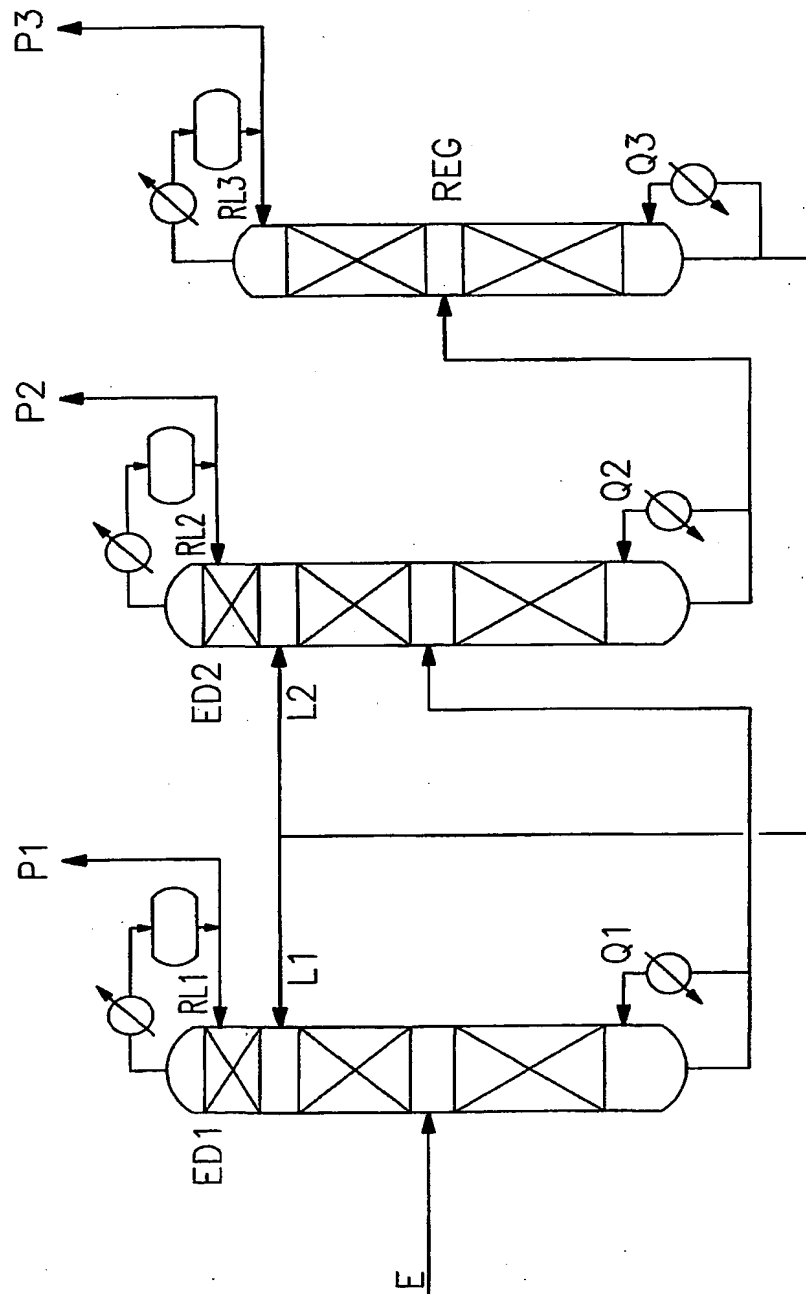


Fig.2

Blatt 3/4

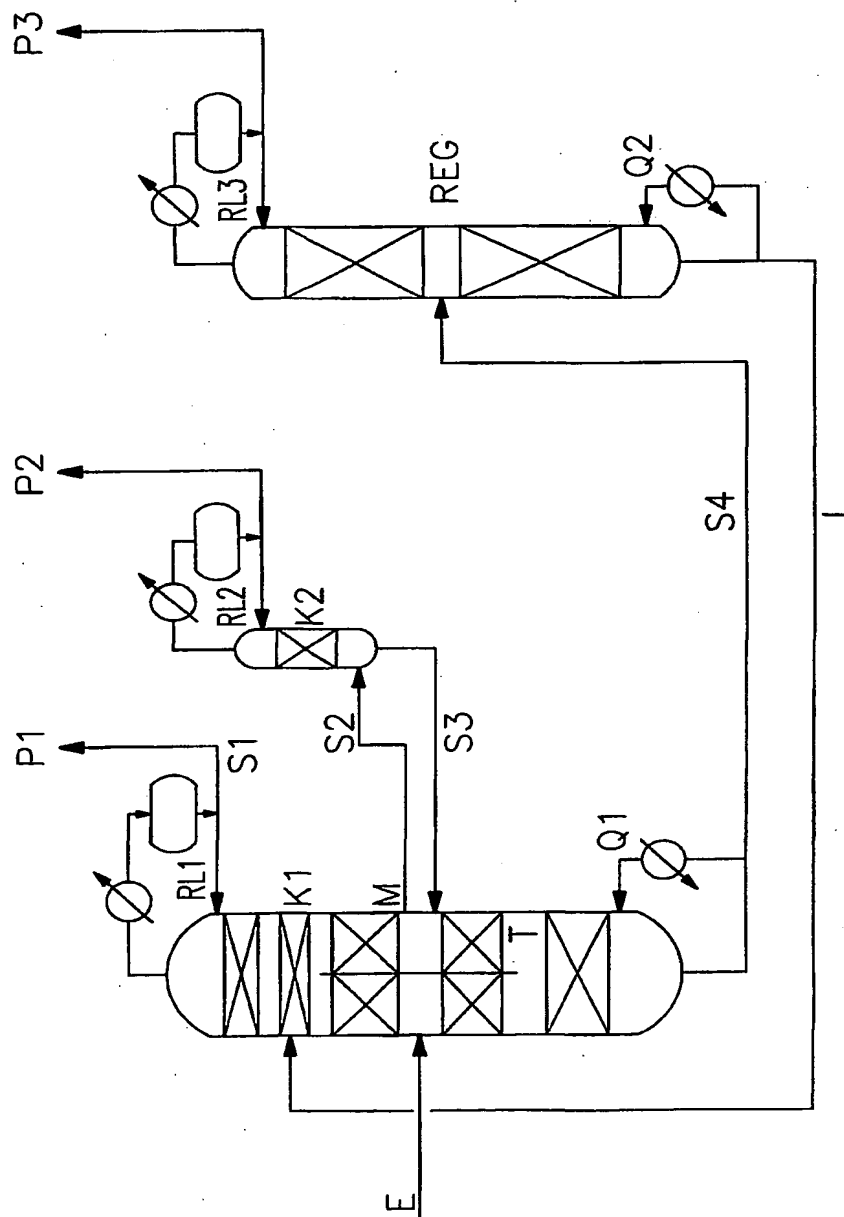


Fig.3

Blatt 4/4

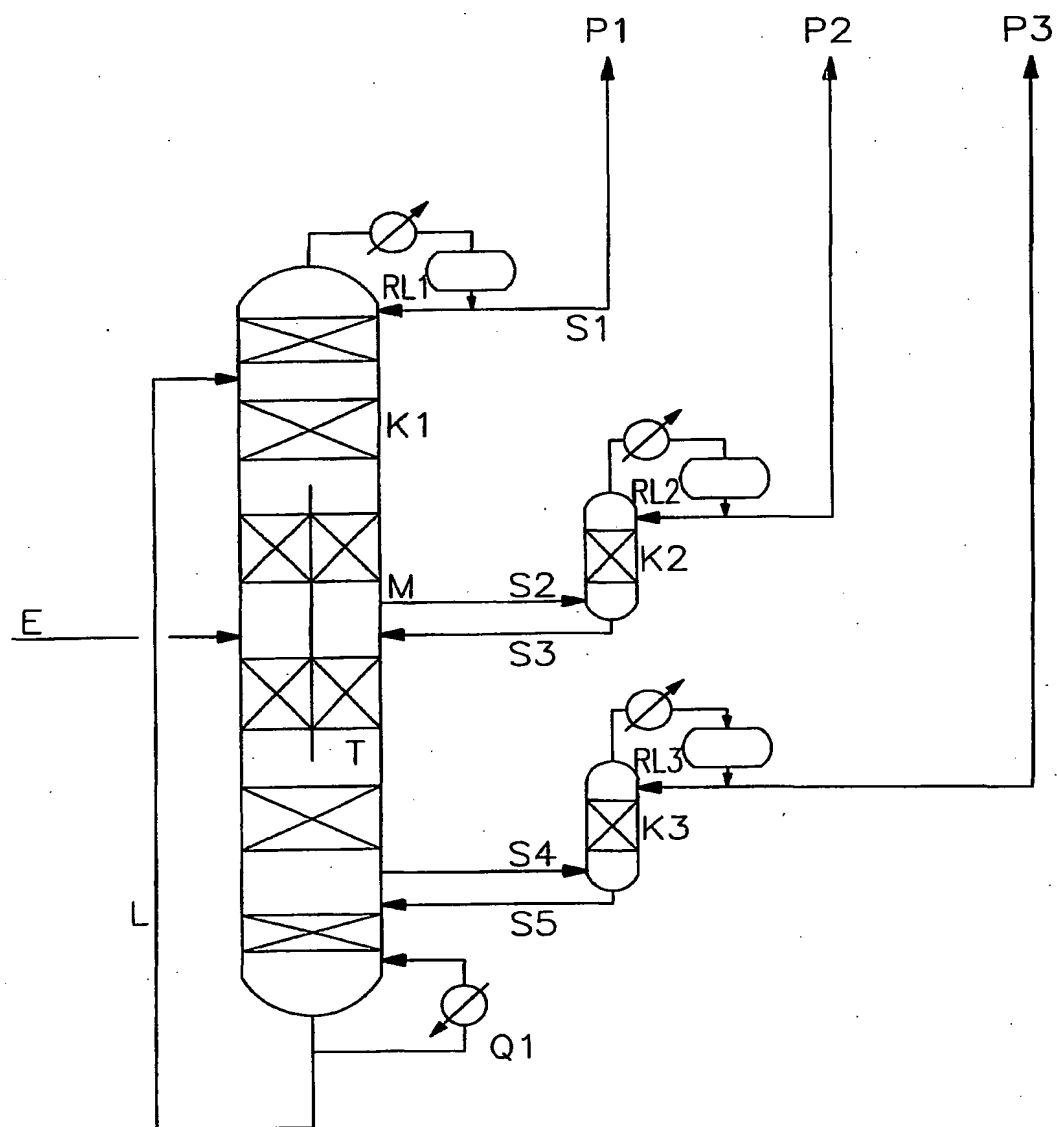


Fig.4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 01/12059

| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 B01D3/40 | | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | |
| B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 B01D | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched | | |
| Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| X | DE 198 49 651 A (KRUPP UHDE GMBH) 4 May 2000 (2000-05-04) page 2, line 38 - line 39 | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | page 3, line 55 -page 4, line 66; claims; figure 2 | 7,10 |
| P,X | EP 1 112 769 A (KRUPP UHDE GMBH) 4 July 2001 (2001-07-04) column 3, line 58 -column 4, line 12 | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | column 4, line 30 -column 6, line 36; claim 1; figure | 7,10 |
| P,X | DE 100 19 196 C (KRUPP UHDE GMBH) 27 September 2001 (2001-09-27) | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | the whole document | 7,10 |
| <input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex. | | |
| * Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family | | |
| Date of the actual completion of the international search 14 February 2002 | | Date of mailing of the international search report 21/02/2002 |
| Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 | | Authorized officer Van Belleghem, W |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 01/12059

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|-------------------------------------------|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| DE 19849651 | A | 04-05-2000 | DE 19849651 A1 | 04-05-2000 |
| | | | AU 6198799 A | 22-05-2000 |
| | | | CN 1287503 T | 14-03-2001 |
| | | | WO 0025881 A1 | 11-05-2000 |
| | | | EP 1042040 A1 | 11-10-2000 |
| EP 1112769 | A | 04-07-2001 | DE 19958464 A1 | 28-06-2001 |
| | | | EP 1112769 A1 | 04-07-2001 |
| DE 10019196 | C | 27-09-2001 | DE 10019196 C1 | 27-09-2001 |
| | | | WO 0179381 A1 | 25-10-2001 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/12059

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 B01D3/40

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETERecherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 B01D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| X | DE 198 49 651 A (KRUPP UHDE GMBH) 4. Mai 2000 (2000-05-04) Seite 2, Zeile 38 - Zeile 39 | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | Seite 3, Zeile 55 -Seite 4, Zeile 66; Ansprüche; Abbildung 2 | 7,10 |
| P,X | EP 1 112 769 A (KRUPP UHDE GMBH) 4. Juli 2001 (2001-07-04) | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | Spalte 3, Zeile 58 -Spalte 4, Zeile 12 Spalte 4, Zeile 30 -Spalte 6, Zeile 36; Anspruch 1; Abbildung | 7,10 |
| P,X | DE 100 19 196 C (KRUPP UHDE GMBH) 27. September 2001 (2001-09-27) | 1-6,8,9, 11,12 |
| A | das ganze Dokument | 7,10 |

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. Februar 2002

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

21/02/2002

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van Belleghem, W

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/12059

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | | Datum der Veröffentlichung |
|----------------------------------------------------|---|-------------------------------|-----------------------------------|-------------|-------------------------------|
| DE 19849651 | A | 04-05-2000 | DE | 19849651 A1 | 04-05-2000 |
| | | | AU | 6198799 A | 22-05-2000 |
| | | | CN | 1287503 T | 14-03-2001 |
| | | | WO | 0025881 A1 | 11-05-2000 |
| | | | EP | 1042040 A1 | 11-10-2000 |
| EP 1112769 | A | 04-07-2001 | DE | 19958464 A1 | 28-06-2001 |
| | | | EP | 1112769 A1 | 04-07-2001 |
| DE 10019196 | C | 27-09-2001 | DE | 10019196 C1 | 27-09-2001 |
| | | | WO | 0179381 A1 | 25-10-2001 |